



(12) 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 87105272.5

[51] Int. Cl.⁴
C07J 9/00

3) 公开日 1989年2月15日

[22] 申请日 87.7.27

[71] 申请人 昆明医学院

地址 云南省昆明市人民西路84号

[72] 发明人 魏钧炳 曹树明 詹尔益

[74] 专利代理机构 云南省专利事务所

代理人 张怡 杨得新

说明书页数: 9

附图页数: 2

[54] 发明名称 含皂甙类植物可用成分的提取方法

[57] 摘要

本发明是一种含皂甙类植物可用成分的提取方法。将含皂甙类植物用水煮沸, 收集馏液得挥发性成分, 再经水煮及乙醇处理, 所得沉淀物经其它处理可得多糖; 上清液经中性 Al_2O_3 柱层析后用不同浓度乙醇洗脱, 经丙酮处理即得部分单体皂甙及混合皂甙。本发明具有操作简单, 成本低, 得率高等优点, 是一简便、经济、快速的、实用性较强的方法。

1. 一种含皂甙类植物可用成分的提取方法, 尤其是人参属根类植物和其它含皂甙的非人参属植物中挥发性成分、总皂甙、部分单体皂甙和多糖的分离提取方法, 系采用经粗粉碎后, 加入水溶解, 其特征在于:

(a). 用水煮沸、蒸馏、收集溜液, 得到挥发性成分, 母液进行过滤, 在残渣中再加入水煮沸, 反复进行分离提取, 残渣弃之;

(b). 将(a)所得滤液合并, 蒸发浓缩, 加入乙醇, 离心分离沉淀物, 将上清液减压回收乙醇, 再加入乙醇反复处理, 分离出沉淀物, 该沉淀物经处理后得到多糖;

(c). 将(b)所得上清液经中性 Al_2O_3 柱层析, 用不同浓度的乙醇洗脱, 收集洗脱液, 经减压浓缩后, 用丙酮处理, 过滤即可得到总皂甙或部分单体皂甙。

2. 按照权利要求1所述的提取方法, 其特征在于在步骤(b)中, 乙醇的加入应使溶液中的乙醇浓度达到70~80%。

3. 按照权利要求1所述的提取方法, 其特征在于在步骤(b)中所用乙醇为工业乙醇。

4. 按照权利要求1所述的提取方法, 其特征是在步骤(c)中所用的不同浓度的乙醇为95%~50%的浓度梯度的乙醇。

含皂甙类植物可用成分的提取方法

本发明是一种含皂甙类植物可用成分的提取方法，尤其是人参属根类植物和其它非人参属植物中挥发性成分、总皂甙、部分单体皂甙和多糖的分离提取方法。

现行经典法是将含皂甙类植物粗粉碎后加乙醇或甲醇处理，石油醚或乙醚脱脂，水饱和正丁醇提取皂甙，回收正丁醇，再用乙醇及丙酮沉淀皂甙，或通过 Al_2O_3 或离子交换树脂精制。分纯单体皂甙，还得反复交替使用硅胶反相层离或大孔树脂层离等方法。用以上方法提取皂甙，具有有机溶剂用量大，成本高，操作复杂，收率偏低，各组份组成不稳定等缺点。分离单体皂甙还需使用昂贵的仪器、试剂，其方法不适用于生产，加之分离量小，不能达到应用目的。

英国专利申请 GB / 378 278 公开了一种用甲醇或乙醇提取人参花和叶中总皂甙的方法，系采用一种非溶剂从皂甙中除去叶绿素和有色物质，脱色后的皂甙提出物溶于适当溶剂，通过酸性 Al_2O_3 柱得总皂甙。因酸性易破坏皂甙，故用酸性 Al_2O_3 柱层析，所得皂甙性质不稳定，且本法仅可提得总皂甙。

《云南植物研究》/ 1984 年第 6 卷第一期报道的“人参和三七皂甙提取分离的一个简单工艺”一文，所述工艺在操作中虽不需石油醚、正丁醇等有机溶剂，但所用大孔树脂价格较高，还

需丙酮、甲醇等预处理，提取单体皂甙要用大孔树脂处理四次，因而操作时间较长，步骤也较复杂，而且工艺流程第一步即用乙醇处理，不能得到植物中挥发性成分和多糖部分。

《特产科学实验》/1987年第一期所提“人参皂甙提取工艺的改进”之工艺，操作过程中虽节约了有机溶剂和不需防爆设备，但操作步骤繁杂，所得总皂甙纯度79~81%，收率4%，故产量不高，样品纯度也差，且不能分离单体皂甙。

综上所述，可见以上各法均不能综合分离含皂甙类植物的挥发性成分及多糖。

本发明的目的在于提供一种具有操作简便、成本低，能综合分离含皂甙类植物中挥发性成分，总皂甙、部分单体皂甙和多糖的方法。

本发明工艺步骤主要为：

一、热水处理

将含皂甙植物粗粉碎加水煮沸、蒸馏，其中的挥发性成分可由气相分离而出，收集馏液，得挥发性成分。母液趁热过滤，残渣加水煮沸，反复多次提取后，残渣弃之。

二、乙醇处理

合并上述滤液，蒸发浓缩，加入乙醇，放置，离心分离沉淀物，得上清液后减压回收乙醇，再加入乙醇，离心沉淀，反复多

次。此过程中所得沉淀物经处理，可得多糖成分。

三、精制及分离部分单体皂甙

上述步骤所得上清液经中性 Al_2O_3 柱层析，用不同浓度乙醇洗脱，收集洗脱液，经减压浓缩后，用丙酮处理，即可得部分单体皂甙及一些混合皂甙。

本发明所述方法主要适用于从人参属根类植物如人参 (*Panax ginseng* C. A. Meyer)、三七 (*Panax natoginseng* (Bark) chen)、珠子参 (*Panax japonicus* var *major*)、竹节参 (*Panax japonicus* C. A. Meyer)、西洋参 (*Panax quinquefolium* Linne) 和其它含皂甙的非人参属植物，如葫芦科的雪胆类 (*Hemsleya* spp)、毛茛科的虎掌草 (*Anemone rivcelaris*) 等中提取皂甙。挥发性成分及多糖成分。在热水处理步骤中，由于挥发性成分可从气相中分离出，而皂甙、多糖则溶于水，存于母液中，加入乙醇后，应使溶液中乙醇浓度为 70~80%，利于皂甙在其中溶解，多糖部分因不溶解而沉淀析出。此步骤中，所用乙醇为工业乙醇。经 Al_2O_3 柱层析时，所用乙醇浓度采用 95%~60% 梯度洗脱，分别收集洗脱液，通过蒸发浓缩、丙酮处理及过滤，从而分离出部分单体皂甙及一些混合皂甙。

本发明实施例：

1. 取经粗粉碎的200头三七200g, 置于3000 ml园底烧瓶内, 加自来水/300 ml, 蒸馏得溜液200 ml (具三七芳香味), 加2g NaCl 防腐防霉。

上述母液趁热过滤, 残渣加自来水/500 ml煮沸30~60分钟, 过滤, 共三次, 合并滤液将其置于蒸发皿器内, 在水浴上蒸发浓缩至200 ml左右, 加入工业乙醇使成70%乙醇浓度的溶液, 静置一天, 离心分离沉淀物 (含蛋白、多糖等杂质) 得上清液约900 ml, 减压回收乙醇(70℃以下) 至/30 ml左右, 加入工业乙醇使成70%乙醇浓度, 静置, 离心沉淀, 得上清液, 减压回收乙醇至/10 ml左右, 再加工业乙醇450 ml, 静置, 使多糖、蛋白等杂质沉淀后离心分离。

上清液通过400g中性 Al_2O_3 柱层析, 柱直径3.5cm, 分别以95%, 85%, 70%, 60%乙醇洗脱, 每1000 ml洗脱液收集一份, 将收集的各份洗脱液减压浓缩干后, 加少许85%乙醇(约30 ml)溶解, 置于50 ml三角烧瓶内。浓缩液点样在硅胶G板上进行薄层层析, 以 $CHCl_3-MeOH-H_2O(65:35:10)$ 下层展开后, 用15%硫酸乙醇溶液显色, 合并色点相同部分, 分别蒸干后用化学纯丙酮适量搅拌处理三次, 至提取物在丙酮中呈粉末状为止。经过滤得淡黄色粉末, 可分得三七皂甙-C₁和三七皂甙-E₁。

将上述实施例重复再做二次，即得实施例2、3。结果见表

附图及附表说明：

图1是用岛津——930型薄层层析双波长扫描仪对经典法所得总皂甙的扫描图。

图2是用上述仪器对本法实施例1所得三七皂甙-C1的扫描图。

图3是用上述仪器对本法实施例1所得部分混合皂甙的扫描图。

图4是用上述仪器对本法实例1所得混合皂甙的扫描图。

图5是用上述仪器对本法实例1所得三七皂甙-E1的扫描图。

表1是本法所提取各皂甙组份与经典法的比较。

表2中所列的是图2~图5中所得结果用电子计算机处理后得到的各成分百分重量比。

表3中所列的为各种皂甙的结构式。

附图中的横坐标F为色点位置，纵坐标D为光密度。

表3中glu为葡萄糖，xyI为木糖，rha为鼠李糖。

本发明在操作过程中，乙醇用量较小，所得挥发性成分和多糖经处理后可综合利用，回收的乙醇还能反复使用，分离提取时

层析一次即可得到较高含量的人参和三七中主要的生理活性成分：
 人参皂甙-Rg1 (三七皂甙-C1) 和人参皂甙-Rb1 (三七
 皂甙-E1)。Al₂O₃ 经洗涤处理烧灼后仍可重复应用。因而，
 该发明具有操作简便，消耗有机溶剂少，成本低。总皂甙、单体
 皂甙得率高等优点，它可充分利用和节约三七、人参等贵重原料，
 提取的成分可综合利用，是一简便、经济而快速的实用性较强
 的方法。

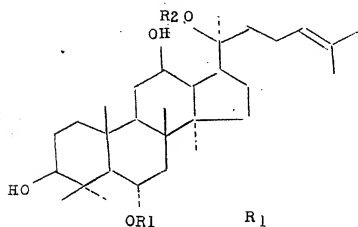
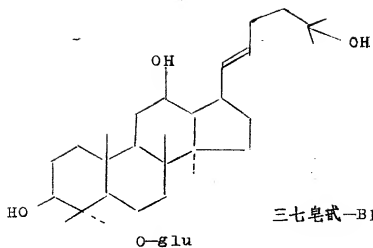
表 1.

	三七 皂甙 B1、B2 B3(%)	三七 皂甙 -C1 (%)	三七 皂甙 -C2 (%)	三七 皂甙 -C3 (%)	三七 皂甙 -D1 (%)	三七 皂甙 -D2 (%)	三七 皂甙 -D3 (%)	未知 皂甙 (%)	三七 皂甙 -E1 (%)	三七 皂甙 -E2 (%)	三七 皂甙 -E3 (%)	糖 (%)	总皂甙 得率 (%)
经典法	1.0	5.5			14.5	3.9	1.0	1.3	24.1	0.3			10.14
本 法 (1)	2.4	40.5		0.04	12.0	7.4	1.1	1.5	29.5	0.4	1.50	3.1	13.29
本 法 (2)	1.3	39.6			13.4	5.4	0.6	1.1	29.5	2.0	0.5	6.5	12.74
本 法 (3)	2.8	43.4	0.44		10.3	7.1	2.3	0.3	31.0	1.2	0.01	1.3	14.18

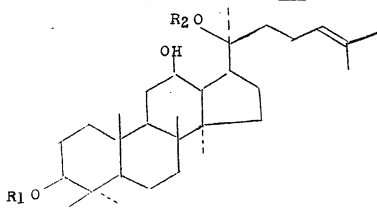
表 2

图 号	成 份	重量百分比 (%)
2	三七皂甙—D 1	0.1
	三七皂甙—C 1	92.5
	三七皂甙—B 1、B 2、B 3	7.2
3	三七皂甙—D 2	2.2
	三七皂甙—D 1	26.5
	三七皂甙—C 1	69.7
	三七皂甙—B 1、B 2、B 3	1.4
4	三七皂甙—E 3	0.2
	糖 S	7.0
	三七皂甙—E 1	26.6
	未知皂甙	1.9
	三七皂甙—D 3	2.4
	三七皂甙—D 2	15.5
	三七皂甙—D 1	11.4
	三七皂甙—C 1	30.9
	三七皂甙—C 3	0.1
5	三七皂甙—B 1、B 2、B 3	3.1
	三七皂甙—E 3	7.2
	三七皂甙—E 2	1.8
	三七皂甙—E 1	87.1
	未知皂甙	3.7

表 3



	R ₁	R ₂
三七皂甙-B2 (人参皂甙 Rh1)	glu	H
三七皂甙-C1 (人参皂甙-Rg1)	glu	glu
三七皂甙-D1 (人参皂甙-Re)	glu21rha	glu
(三七皂甙-R1)	glu21glu	glu



(续表 3)

	R ₁	R ₂
三七皂甙-D ₂ (人参皂甙-R _d)	glu <u>21</u> glu	glu
三七皂甙-D ₃ (七叶胆皂甙XVII)	glu glu	glu61glu
三七皂甙-C ₃ (20(S)人参皂甙-R _{g3})	glu <u>21</u> glu	H
三七皂甙-E ₁ (人参皂甙-R _{b1})	glu <u>21</u> glu	glu61glu
三七皂甙-E ₂ (三七皂甙-R ₄)	glu glu	glu61glu
		<u>61</u> xyl

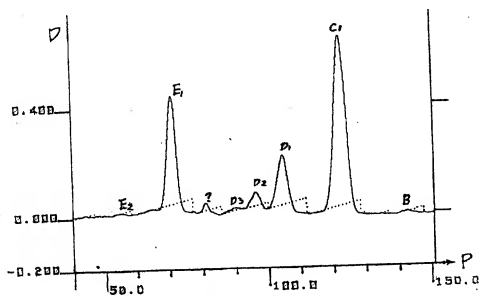


图 1

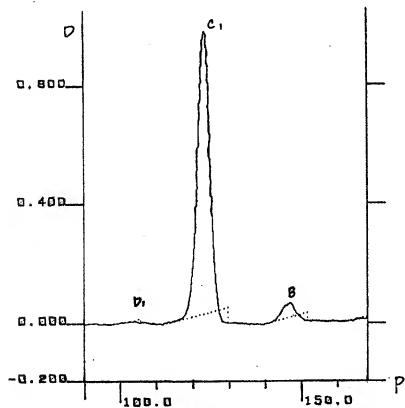


图 2

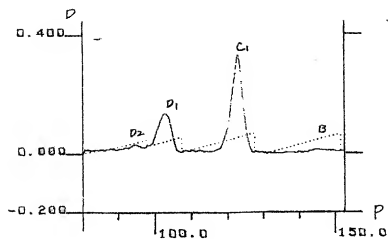


图 3

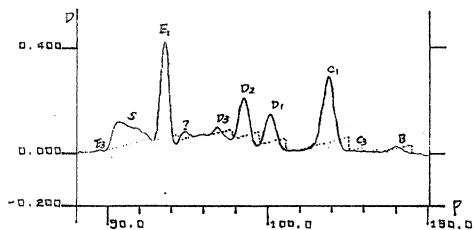


图 4

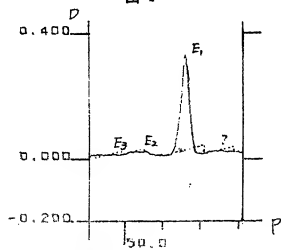


图 5